

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-063996

(43)Date of publication of application : 07.03.1997

(51)Int.Cl.

H01L 21/304

B24B 1/00

B24B 37/00

(21)Application number : 07-243811

(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 29.08.1995

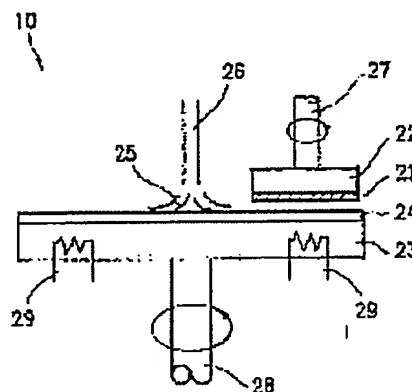
(72)Inventor : SAKOU YAMATO

## (54) METHOD OF POLISHING SILICON WAFER

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To flatten the surface of a silicon wafer by polishing while the contamination of the silicon wafer by alkali metal is being prevented when the silicon wafer is being polished by a chemical/mechanical polishing method (CMP method).

SOLUTION: A 0.1-5.0wt.% aqueous solution of tetramethylammonium hydroxide(TMAH) containing colloidal silica is supplied from a slurry introducing tube 26, and the surface of a silicon wafer 21 is polished by interposing the aqueous TMAH solution between the wafer 21 and a polishing pad 24. As no alkali metal is contained in the TMAH, the silicon wafer 21 is not contaminated.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-63996

(43)公開日 平成9年(1997)3月7日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/304	3 2 1		H 0 1 L 21/304	3 2 1 M 3 2 1 P
B 2 4 B 1/00 37/00			B 2 4 B 1/00 37/00	A F

審査請求 未請求 請求項の数7 F D (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平7-243811

(22)出願日 平成7年(1995)8月29日

(71)出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72)発明者 左光 大和

東京都千代田区大手町2-6-3 新日本

製鐵株式会社内

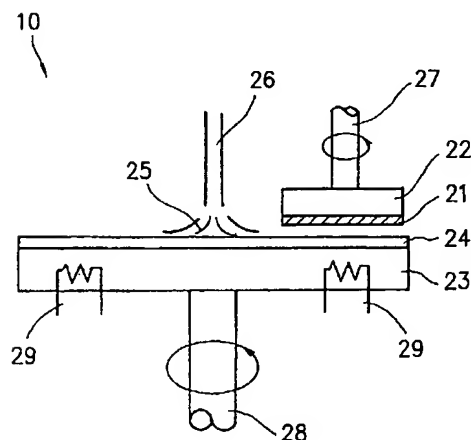
(74)代理人 弁理士 國分 孝悦

(54)【発明の名称】 シリコンウェハの研磨方法

(57)【要約】

【課題】 化学機械研磨法 (CMP法 (Chem-Mech Polishing Method)) によりシリコンウェハを研磨するに当たり、アルカリ金属によるシリコンウェハの汚染を防止しつつシリコンウェハの表面を研磨して平坦化する。

【解決手段】 スラリー導入管26から、コロイダルシリカが混入された、0.1wt%以上5.0wt%以下の濃度のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド (TMAH) 水溶液を供給し、このTMAH水溶液をシリコンウェハ21と研磨用パッド24との間に介在させてシリコンウェハ21の表面を研磨する。TMAHにはアルカリ金属が含まれていないので、シリコンウェハ21が汚染されることがない。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコンウェハと研磨用パッドとの間に、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド（以下、「TMAH」という）水溶液を介在させて前記シリコンウェハの表面を研磨することを特徴とするシリコンウェハの研磨方法。

【請求項2】 前記TMAH水溶液中のTMAH濃度が、0.1wt%以上5.0wt%以下であることを特徴とする請求項1に記載のシリコンウェハの研磨方法。

【請求項3】 前記TMAH水溶液中に5wt%以上10wt%以下の濃度でシリカパウダーが混入されていることを特徴とする請求項1または2に記載のシリコンウェハの研磨方法。

【請求項4】 前記シリカパウダーの粒子径が7nm以上40nm以下であることを特徴とする請求項3に記載のシリコンウェハの研磨方法。

【請求項5】 前記TMAH水溶液中に5wt%以上10wt%以下の濃度でコロイダルシリカが混入されていることを特徴とする請求項1または2に記載のシリコンウェハの研磨方法。

【請求項6】 前記コロイダルシリカの粒子径が7nm以上50nm以下であることを特徴とする請求項5に記載のシリコンウェハの研磨方法。

【請求項7】 前記シリコンウェハの表面を50g/cm<sup>2</sup>以上600g/cm<sup>2</sup>以下の研磨圧力で研磨することを特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載のシリコンウェハの研磨方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコンウェハの研磨方法に関し、特にシリコンウェハを化学機械研磨法（CMP法（Chem-Mech Polishing Method））で研磨してウェハ表面を平坦化するために用いて好適である。

## 【0002】

【従来の技術】近年、半導体装置における素子の高集積化及び微細化に伴い、装置のさらなる高速動作や電気的特性の高性能化を達成するために、アルミニウム配線や多結晶シリコン配線などの多層化が進められている。このように配線の多層化が進行すると、下層配線上に形成されて表面に凹凸のあるシリコン酸化膜などの層間絶縁膜の上に形成される上層配線が、その凹凸による段差のために断線したり、段差部でのフォトリソグラフィの解像不良のために配線間ショートを起こしたりするといった不良が生じてしまう。このような事態を回避して配線の多層化を実現するためには、下層配線上に形成された層間絶縁膜の表面を平坦化することが必要になる。

【0003】一方、素子分離技術についても、従来のLOCOS法による素子分離に代わって、素子の高集積化に適したトレンチアイソレーション法が提案されている。このトレンチアイソレーション法では、シリコン基

板に形成した深い溝（トレンチ）を素子分離のための絶縁膜で埋め込んだ後、溝の外部に堆積した絶縁膜を除去してシリコン基板の表面を平坦化し、後の素子形成に備える必要がある。

【0004】このような層間絶縁膜表面やシリコン基板表面を平坦化する技術の一つとして、特開昭60-39835号公報などに記載されたCMP法といわれる方法が知られている。このCMP法とは、被研磨材料と硬度が同じ程度か若干高い研磨粒子が液体中に分散混入されたスラリー（slurry）をシリコンウェハと研磨用パッドとの間に介在させ、シリコンウェハを研磨用パッドに対して相対的に回転させることにより、シリコンウェハ表面を研磨し平坦化する方法である。このCMP法によると、研磨粒子の機械的研磨作用とスラリー液の化学的研磨作用との相乗効果により研磨効率を向上させることができるとともに、スラリー液のpH調節により研磨能率を正確に制御することができる。

【0005】CMP法によってシリコン基板やシリコン酸化膜などのシリコン系材料を研磨しようとした場合、研磨粒子としては粒径10nm程度のシリカパウダーを用い、スラリー液としては水酸化カリウム（KOH）または水酸化ナトリウム（NaOH）などのアルカリ金属と水酸基（OH）とからなる物質の水溶液を用いるのが一般的である。このように、スラリー液として水酸基を有する物質の水溶液を用いるには、シリコン基板やシリコン酸化膜の表面においてシリコンが水酸基と結合し、これらの表面が研磨され易くなるからである。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、スラリー液として、アルカリ金属と水酸基（OH）とからなる水酸化カリウム（KOH）または水酸化ナトリウム（NaOH）などの水溶液を用いた場合、シリコン酸化膜内やシリコン基板とシリコン酸化膜との界面にカリウムやナトリウムなどのアルカリ金属が堆積するため、これらが汚染されてしまう。このような汚染が発生すると、シリコン酸化膜内の固定電荷が増加し、またシリコン基板とシリコン酸化膜との界面準位が増加することになるため、素子が誤動作を起こしたり、素子の電気的特性が劣化したりするという問題が生じてしまう。

【0007】従って、従来のように、水酸化カリウム（KOH）または水酸化ナトリウム（NaOH）などの水溶液をスラリー液として用いた場合、研磨を行った後で十分な洗浄を施してカリウムやナトリウムなどのアルカリ金属を除去しなければならなかった。しかし、素子の微細化により、これら汚染源となるカリウムやナトリウムを十分に除去することが困難となっており、結局は、素子の誤動作や電気的特性の劣化が生じてしまっていた。

【0008】そこで、本発明の目的は、CMP法によりシリコンウェハを研磨するに当たり、アルカリ金属によ

るシリコンウェハの汚染を防止しつつシリコンウェハの表面を研磨することができるシリコンウェハの研磨方法を提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明のシリコンウェハの研磨方法は、シリコンウェハと研磨用パッドとの間に、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド（以下、「TMAH」という）水溶液を介在させて前記シリコンウェハの表面を研磨する。

【0010】本発明の一態様においては、前記TMAH水溶液中のTMAH濃度が、0.1wt%以上5.0wt%以下である。

【0011】本発明の一態様においては、前記TMAH水溶液中に5wt%以上10wt%以下の濃度でシリカパウダーが混入されている。

【0012】本発明の一態様においては、前記シリカパウダーの粒子径が7nm以上40nm以下である。

【0013】本発明の一態様においては、前記TMAH水溶液中に5wt%以上10wt%以下の濃度でコロイダルシリカが混入されている。

【0014】本発明の一態様においては、前記コロイダルシリカの粒子径が7nm以上50nm以下である。

【0015】本発明の一態様においては、前記シリコンウェハの表面を50g/cm<sup>2</sup>以上600g/cm<sup>2</sup>以下の研磨圧力で研磨する。

【0016】

【発明の実施の形態】以下、本発明を一実施形態について、図面を参照して説明する。

【0017】本実施形態においては、上述したトレンチアイソレーション法に伴うシリコンウェハ表面の平坦化のために研磨を行う。図1は本実施形態の研磨方法を実施するために用いる研磨装置（ポリッシャー）の概略的な模式図であり、図2は本実施形態の研磨方法で研磨されるシリコンウェハを工程順に示す部分的な断面図である。

【0018】図1において、研磨装置10は、研磨プレート（プラテン）23とウェハ保持試料台22とスラリー

研磨プレート23の回転数	35rpm
ウェハ保持試料台22の回転数	15rpm
シリコンウェハ21と研磨用パッド24との相対速度（研磨相対速度）	6cm/秒
研磨圧力	200g/cm <sup>2</sup>
スラリー流量	200ml/分
研磨温度	32℃
研磨時間	30秒

【0024】最初に、研磨の前段階として、シリコンウェハ（シリコン基板）1の表面をトレンチアイソレーション法で素子分離する。そのためには、まず、図2（a）に示すように、シリコンウェハ1上に膜厚25nm程度のシリコン酸化膜2と膜厚30nm程度のシリコ

ニウム導入管26とを有している。円形断面を有する研磨プレート23は研磨プレート回転軸28を中心として回転可能に、この研磨プレート回転軸28に支持固定されている。また、研磨プレート23には、その上面に研磨用パッド24が設けられているとともに、研磨温度調節用のヒータ29が埋設されている。本実施形態では、30rpm以上80rpm以下の回転数で研磨プレート23を回転させる。これは、回転数が30rpm未満では十分な研磨能率を得ることができず、80rpmを超えると研磨装置10全体の安定性が悪化するとともにフロートポリッシング状態となって研磨能率が急速に減少するからである。

【0019】シリコンウェハ21とはほぼ同形状の円形断面を有するウェハ保持試料台22は試料台回転軸27を中心として回転可能に、この試料台回転軸27に支持固定されている。また、ウェハ保持試料台22の下面には真空チャック方式により研磨用パッド24と対向するようにシリコンウェハ21を固定することができる。シリコンウェハ21の研磨圧力は、試料台回転軸27とともにウェハ保持試料台22の上下方向の位置を変えることにより調節することができる。

【0020】スラリー導入管26は図示しないスラリー槽に接続されており、このスラリー槽に蓄えられたスラリー25は、スラリー導入管26の先端部から研磨プレート23上の研磨用パッド24の中央部に供給され、研磨プレート23の回転により周辺部に拡散し、シリコンウェハ21と研磨用パッド24との間に介在するようになる。

【0021】本実施形態では、スラリーとして、濃度0.3wt%のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド（TMAH）と、粒子径7nm～50nm程度で濃度5wt%のコロイダルシリカ（コロイドシリカ）とを含有した水溶液を用いる。

【0022】次に、本実施形態の研磨方法を工程順に説明する。

【0023】シリコンウェハ21の表面を研磨する条件は、以下のようなものとした。

ン窒化膜3とを順次形成する。そして、溝を形成すべき部分のシリコン窒化膜3およびシリコン酸化膜2を選択的に除去してから、シリコン窒化膜3をマスクとしてシリコンウェハ1に異方性エッチングを施し、深さ300nm程度の溝5を形成する。しかる後、熱酸化により溝

5

5の側面および底面に膜厚25nm程度のシリコン酸化膜4を形成する。なお、シリコン酸化膜2はシリコンウェハ1とシリコン窒化膜3とが直接接触することによるストレスを軽減する。

【0025】次に、図2(b)に示すように、TEOSなどの有機化合物とオゾンとのプラズマ反応によるCVD法で全面にシリコン酸化膜6を形成して溝5を埋め込む。これにより、シリコンウェハ1は溝5により素子分離される。なお、このとき、シリコン窒化膜3上には、厚さ200nm程度のシリコン酸化膜6が堆積してい

る。

【0026】次に、図2(c)に示すように、図1で示したウェハ保持試料台22にシリコンウェハ1を真空チャックで取り付ける。そして、上記の条件でシリコンウェハ1表面の研磨を開始する。上記の研磨条件における研磨能率は0.5μm/分であるので、30秒間程度の研磨をシリコンウェハ1に施すことにより、溝5の内部以外のシリコン酸化膜6をすべて除去することができ、シリコンウェハ1表面は平坦化される。なお、このとき、シリコン窒化膜3が研磨に対するストップとなるので、多少余裕を見て長時間の研磨を行ったとしても、溝5内部のシリコン酸化膜6やシリコンウェハ1が研磨されることがない。この後、簡単に洗浄を行ってスラリーを除去してから、溝5相互間のシリコンウェハ1の凸部にMOSトランジスタ(図示せず)などの素子が形成される。

【0027】本実施形態では、TMAHとコロイダルシリカとを含有した水溶液をスラリーとして使用したCMP研磨を施すことにより、TMAHの化学的研磨作用とコロイダルシリカの機械的研磨作用との相乗効果が生じるため、高い研磨能率でシリコンウェハ1表面のシリコン酸化膜6を研磨除去することができる。ここで、TM

6

AHによる化学的研磨作用が発生するは、TMAH中の水酸基(OH)がシリコン酸化膜6のシリコンと結合し、その表面が研磨され易くなるからである。なお、この研磨能率はTMAHの濃度(pH)調節により容易に制御可能である。

【0028】さらに、TMAHは酸素、炭素、窒素および水素だけで構成されておりナトリウムやカリウムのようなアルカリ金属を含んでいないため、従来のように、シリコン酸化膜6やシリコンウェハ1が汚染されることによる素子の誤動作や電気的特性の劣化という事態が生じることがなくなる。また、シリコン酸化膜6やシリコンウェハ1が汚染されなくなるので、従来のように、これらを洗浄して除去する工程が不要になる。

【0029】本実施形態では、シリコンウェハ1の表面をトレンチアイソレーション法で素子分離するに当たり研磨による平坦化を行ったが、本発明の研磨方法は、層間絶縁膜などの絶縁膜、多結晶シリコン膜や金属膜などの導電膜、および、単結晶シリコン基板(ペアウェハ)の平坦化などにも適用することができる。

【0030】

【実施例】次に、上記実施形態の研磨条件を様々に変化させた実施例について説明する。

【0031】実施例1

まず、上記実施形態でTMAHの濃度条件だけを0.

1、0.2、0.3、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0および6.2(wt%)と変化させたときの研磨能率(μm/分)の変化について説明する。このときのTMAH濃度と研磨能率との関係を表1及び図3に示す。

【0032】

【表1】

TMAH濃度 (wt%)	研磨能率 ( $\mu\text{m}/\text{分}$ )
0.1	0.20
0.2	0.30
0.3	0.50
0.5	0.32
1.0	0.25
2.0	0.22
3.0	0.20
4.0	0.19
5.0	0.18
6.2	0.15

【0033】これら表1および図3から明らかなように、 $0.18\mu\text{m}/\text{分}$ 程度以上の現実的な研磨能率を維持するためには、スラリー中のTMAH濃度は $0.1\text{wt}\%$ 以上 $5.0\text{wt}\%$ 以下であることが好ましい。また、TMAH濃度を $0.2\text{wt}\%$ 以上 $0.6\text{wt}\%$ 以下とすることにより、 $0.3\mu\text{m}/\text{分}$ 以上の望ましい研磨能率を得ることができ、 $0.3\text{wt}\%$ 程度とすることにより、 $0.5\mu\text{m}/\text{分}$ 程度の優れた研磨能率を得ることができる。

#### 【0034】実施例2

次に、上記実施形態において、TMAH水溶液中に混入する粒子をコロイダルシリカにした場合と、シリカパウダーにした場合とで、研磨能率( $\mu\text{m}/\text{分}$ )がどのくらい変化するかについて説明する。

【0035】TMAH水溶液中に粒子径 $7\sim 50\text{nm}$ 程度のコロイダルシリカを混入した場合は、上記実施形態で説明したように、 $0.5\mu\text{m}/\text{分}$ の研磨能率を得ることができた。また、他は同じ条件でTMAH水溶液中に粒子径 $7\sim 40\text{nm}$ 程度のシリカパウダーを混入した場合の研磨能率は、 $0.41\mu\text{m}/\text{分}$ であった。

【0036】このように、TMAH水溶液中にコロイダルシリカを混入した場合の研磨効率が優れているのは、一つには、コロイダルシリカが電気二重層を形成しているので互いに反発し合い、凝集による二次粒子が形成されにくいため、比較的径が小さく機械的研磨作用が大きいままの状態で存在するからであると考えられる。さらに、もう一つには、コロイダルシリカの電気二重層のマイナスイオンがTMAHの化学的研磨作用を増強するように働くからであると考えられる。

#### 【0037】実施例3

次に、上記実施形態で研磨温度条件だけを $32$ 、 $25$ および $20(^{\circ}\text{C})$ と変化させたときの研磨能率( $\mu\text{m}/\text{分}$ )の変化について説明する。このときの研磨温度と研磨能率との関係を表2に示す。

#### 【0038】

【表2】

研磨温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	研磨能率 ( $\mu\text{m}/\text{分}$ )
32	0.50
25	0.30
20	0.20

【0039】表2からも明らかなように、研磨温度は高い方が好ましく、現実的には $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ 程度であることが好ましい。

#### 【0040】実施例4

次に、上記実施形態で研磨圧力条件だけを $50$ 、 $200$ 、 $300$ および $600(\text{g}/\text{cm}^2)$ と変化させたときの研磨能率( $\mu\text{m}/\text{分}$ )の変化について説明する。このときの研磨圧力と研磨能率との関係を表3に示す。

#### 【0041】

【表3】

研磨圧力 (g/cm <sup>2</sup> )	研磨能率 (μm/分)
50	0.20
200	0.50
300	0.60
600	0.65

【0042】表3からも明らかなように、研磨圧力を大きくするほど高い研磨能力を得ることができるが、研磨圧力を50 g/cm<sup>2</sup> よりも小さくすると十分な研磨能力を得ることができず、また600 g/cm<sup>2</sup> よりも大きくするとシリコンウェハの表面にスクラッチが形成される恐れがある。そこで、研磨圧力は50 g/cm<sup>2</sup> 以上600 g/cm<sup>2</sup> 以下とすることが好ましい。

【0043】なお、本発明において、スラリー中のコロイダルシリカやシリカパウダーの濃度は特に限定されるものではないが、現実的には5 wt%以上10 wt%以下

の濃度であることが好ましい。  
【0044】また、スラリー中に混入する粒子としては、コロイダルシリカやシリカパウダーの他に、粒子径が7 nm～40 nm程度の酸化アルミニウム (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) や炭化シリコン (SiC) などであってもよい。

【0045】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によると、CMP法でシリコンウェハを研磨するに当たり、TMAH溶液による化学的研磨作用でシリコンウェハの表面を十分な研磨能率で研磨し平坦化することができるととも

＊に、TMAH溶液がアルカリ金属を含んでいないためにシリコンウェハが汚染されることがない。従って、アルカリ金属を除去するためにシリコンウェハを十分に洗浄するというような余計な工程を要しなくなるとともに、このシリコンウェハに形成された素子が誤動作を起こさず、また、素子の電気的特性も劣化しづらく安定している。よって、簡単な工程で信頼性の高い半導体素子を得ることが可能になる。

【図面の簡単な説明】

10 【図1】本発明の一実施形態の研磨方法を実施するために用いる研磨装置の概略的な模式図である。

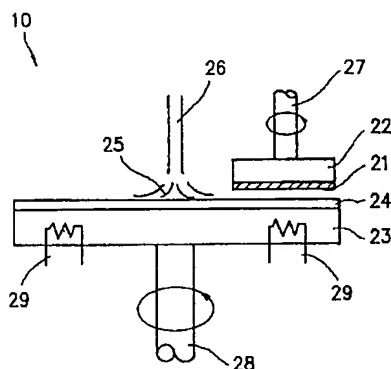
【図2】本発明の一実施形態の研磨方法で研磨されるシリコンウェハを工程順に示す部分的な断面図である。

【図3】本発明におけるTMAH濃度と研磨能率との関係を示すグラフである。

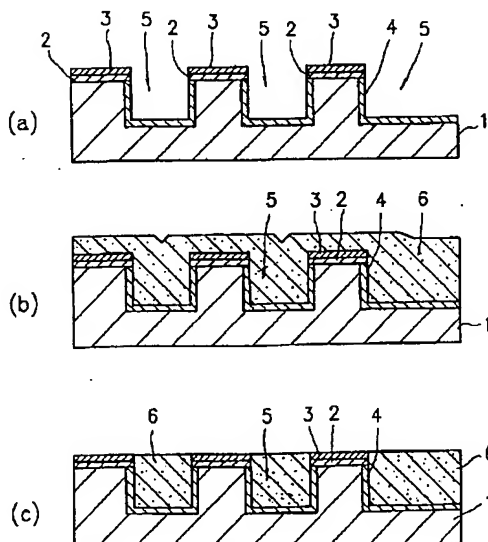
【符号の説明】

- 1、21 シリコンウェハ (シリコン基板)
- 2、4、6 シリコン酸化膜
- 3 シリコン窒化膜
- 5 溝
- 10 研磨装置
- 22 ウェハ保持試料台
- 23 研磨プレート (プラテン)
- 24 研磨用パッド
- 25 スラリー
- 26 スラリー導入管
- 27 試料台回転軸
- 28 研磨プレート回転軸
- 29 ヒータ

【図1】



【図2】



【図3】

